SNI 06-0385-1989

Standar Nasional Indonesia

Mutu dan cara uji tepung kalsium karbonat berat dan ringan

ICS 71.060.50

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Mutu dan cara uji tepung kalsium karbonat berat dan ringan

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi defiinisi. kiasifikasi. svarat mutu cara pengambilan contoh dan cara uji tepung kalsium karbonat.

2 Definisi

Tepung kalsium karbonat jenis berat adalah bantuan kapur yang digiling halus sekali. sedang jenis ringan diperoleh dari hasil reaksi pengendapan (precipitation) kristalnya dapat berbentuk kalsitik aragonit.

3 Klasifikasi

Tepung kalsium karbonat diklasifikasikan dalam tiga jenis dan tiap jenis dibagi dalam beberapa tipe.

Jenis K: Tepung kalsium karbonat hasil penggilingan batu kapur (batu gamping)

Jenis C: Tepung kalsium karbonat hasil penggilingan batu kalsit.

Jenis CC: Tepung kalsium karbonat hasil proses reaksi dan pengendapan.

3.2 Tipe-tipe dari tiap jenis terutama (didasarkan kepada kehalusannya yang menentukan Pula kegunaannya dalam berbagai industri.

4 Syarat mutu

	JENIS BATU KAPUR				JENIS KALSIT				JENIS YANG DIENDAPKAN	
	K1	K2	K3	K4	C1	C2	C3	C4	CCP1	CCP2
Sisa di atas ayakan 175 um	maks 0,5	maks 0,02			maks 0,01	maks 0,01		–	maks 0,1	maks 0,5
63 um	maks 6	maks 0,5	maks 0,05	–	maks 1,0	maks 0,2	maks 0,01	–	maks 0,75	maks 0,25
[illegible] um	maks 15	maks 2	maks 0,5	maks 0,01	maks 5,0	maks 1,5	maks 0,1	maks 0,1	maks 0,5	maks 0,5
Pembagian ukuran butir										
20 um		maks 85	maks 90	[illegible]	70	80	95		90	
10 um		maks 65	maks 80	95	40	45	85	[illegible]	70	90
5 um		maks 15	maks [illegible]	70	25	[illegible]	35	70	40	70
2 um		maks 25	maks 25	[illegible]	10	10	15	25		50
Kadar $CaCO_3$ % [illegible] (minimum)		min [illegible]				min [illegible]				min [illegible]
Bagian yang tidak larut dalam asam khlorida, %		maks 1				maks 0,5				maks 0,5
Hilang pijar, %		42 - 44				[illegible]				43,5 - 44,5
Bagian yang larut dalam air %		maks [illegible]				maks [illegible]				maks 0,5
Kadar air 105°C, %		maks 0,5				maks 0,5				maks 1,0
Kadar [illegible]		maks 10				maks 10				maks 10
Kadar mangan		maks 200				maks 200				maks 200
[illegible] minyak [illegible]		10 - 22				10 - 22				50 - 60
[illegible]		[illegible]				[illegible]				[illegible] - 10,5
[illegible]		maks [illegible]				[illegible]				min 95
Warna			[illegible]							
[illegible]		maks 0,5				maks 0,55				maks 0,5

5 Cara pengambilan contoh

5.1 Ketentuan umum

Yang dimaksud dengan pengambiilan contoh ialah pengambilan bahan contoh contoh untuk keperluan pengujian penilaian.

5.2 Cara pengambilan contoh

5.2.1 Pengambilan bahan contoh hares dilakukan dengan cara-cara yang diuraikan dalam ayat-avat berikut dari pasal ini, dan harus disaksikan oleh pihak konsumen/produsen/pemillk atau yang diberi kuasa olehnya.
Semua kemasan dan isinya harus dalam keadaan baik sewaktu diambil contoh atau pemeriksaan.
5.2.2 Pengambilan bahan contoh dari kantong harus dilakukan sbb:
Bahan contoh diambil dengan pipa pengarnhilan bahan melalui lobang-lobang pada kantong: pipa pengambilan bahan harus dibuat dari stainless atau plastik yang pan jangnya 75 cm dan diameternya 39 mm, serta ujung pipa yang dipotong miring.
5.2.3 Jumlah kantong yang akan diambil bahan contohnya disesuaikan dengan tabel di dibawah:
5.2.4 Pengambilan banha contoh dari timbunan harus dilakukan sbb:
Bahan contoh diambil dengan cara acak paling sedikit daki 12 tempat yang berlainan pada timbunan: bahan yang berada di bagian dalam dari timbunan harus dapat terambil: jumlah kantong yang diambil bahan contohnya harus disesuaikan dengan tabel di alas.
5.3 lumlah dan pembagian bahan contoh untuk diuji
.lika tidak ada persetujuan lain antara produsen/pemlilik dan konsumen. jumlah contoh diambil sebagai berikut:
.lumlah contoh rata-rata yang mewakili sau partai harus dibagi tiga bagian dengan masing-masing paling sedikit satu kilo dan diperuntukkan:
Contoh bagian I dikirimkan kepada laboratorium penguji
Contoh bagian II disimpan oleh pcngambil contoh

Jumlah kantong dalam partai	Jumlah kantong paling sedikit yang harus diambil contohnya
1 -- 2	Semua
3 – 8	2
9 – 25	3
26 – 100	5
101 – 500	8
501 – 1000	13
1001 – 3000	20
3001 – 10.000	32
10.001 – dan selebihnya	50

Contoh bagian III disimpan oleh produsen/pemilik
Contoh masing-masing bagian tersebut di atas ini disimpan dalam tempat yang bersih. disegell dengan cap dari badan yang melakukan pengambilan contoh. tempat (pembungkus) contoh harus diberi tanda pengenal (identilikasi) yang jelas dan disertai risalah pengambilan bahan contoh. Risalah tersebut paling sedikit harus menyebutkan:
-- Cara pengambilan contoh
--.Iumlah bahan contoh
--Jumlah yang diwakili oleh bahan contoh. waktu/tanggal dan tempat pengambilan bahan contoh

6 Cara uji

6.1 Pengujian kimia

Ketentuan umum

Pengerjaan contoh

Setibanya di laboratorium contoh tepung kalsium karbonat diaduk yang merata dan dikeringkan pada suhu I05"C sampai berat tetap: semua pengujian kimia selanjutnya kccuali kadar lembab dilakukan terhadap contoh yang telah dikeringkan tadi.

7 Penetapan kadar kalsium karbonat

7.1 Pereaksi

- Larutan EDTA 0,1 mol
- CaIcon (3 hidroksi - 4 (2-hidrosi - 4 sulfo - naphtylazo - naphtalini digerus dengan natrium sulfat exico
- Larutan KOII 50 %
- Asam klorida 37`%,
- Amonium klorida
-Larutan magnesium klorida

7.1.1 Caranya

7.1.2 Ditimbang 0,3 g contoh kering teliti sampai 0,0001 ke dalam gelas kimia, diberi air 40 ml dan dilarutkan dengan hati – hati dalam 10 ml asam klorida: tutup gelas kimia dengan gelas arloji, didihkan 15 menit .

Tambahkan 0,2 g amonium klorida: besi dan alumunium diencerkan dengan ditambah ammonia: saring dan cuci: filtrate ditampung dalam labu ukur 500 ml dan diberi air sampai garis. Dipipet sampai 100 ml dan 1 ml larutan magnesium klorida 1 % tambahan 4 ml larutan KOH sehingga pil menjadi 12

Tambahan 0,2 -0,4 calcon dan selanjutnya sambil diaduk dititrasi dengan larutan EDTA sampai perubahan warna dari merah anggur menjadi biru

7.1.3 Perhitungan

$$\text{Kadar } CaCo_3 = \frac{V \times 1 \times 50{,}4}{m}$$

V adalah ml larutan EDTA

I adalah liter

M adalah mg contoh yang dititrasi

7.2.1 Ditimbang 20 g contoh (0,1 g) dalam gelas piala 600 ml diberi air 150 ml dan dilarutkan

dengan hati-hati dalam 50 mil HCI p: gelas di tutup dengan gelas arloji. Selanjutnya larutan didihkan 5 menit, dan disaring dengan kertas saring. Cuci 8 kali dengan air suling panas.

Kertas saring dan yang tidak larut dikeringkan pada suhu 900^0 – 1000^0C sampai berat tetap. didinginkan timbang

7.2 Bagian yang tidak larut dalam asam klorida

7.2.1 Ditimbang 20 g contoh (0,1 g) dalam gelas piala 600 ml diberi air 150 ml dan dilarutkan

'hati-hati dengan 50 ml HCI p: gelas ditutup dengan gelas arloji selanjutnya larutan dididilhkan 5 menit dan disaring dengan kertas saring. cuci 8 kali dengan air suling panas. kertas saring dan yang tidak larut dikeringkan pada suhu 105^0 dan dibakar pada suhu 900° - 1000^0 sampai berat tetap didinginkan timbang.

7.2.2 Kadar bagian yang tidak larut HCI = $\frac{A}{E}$

Berat yang tidak larut dalam g

Berat contoh

7.3 Hilang pijar

7.3.1 Caranya

Ditimbang 1.0 gram contoh (0.001 g) ke dalam cawan platina atau porselin dan dibakar dalam dapur listrik sampai suhu 1000^0C selama dua jam sesudah didinginkan dalam oksikator ditimbang

7.3.2 Hilang pijar $\frac{E - A}{E}$ X 100 %

A adalah berat sisa pembakaran

E adalah berat contoh

7.4 Bagian yang larut dalam air

7.4.1 Ditimbang 10 - 50 g contoh (0,001 g) kedalam labu normal 500 ml. Diberi air sampai garis kocok selama 5 menit, saring filtrate pertama sebanyak 125 ml dibuang.

Pipet 1000 ml kedalam Petri yang telah ditimbang dan uapkan diatas penangas air.

Kalau sudah kering Petri dimasukkan kedalam dapur pemanas pada suhu 105^0 C sampai berat tetap, dinginkan dalam exikator, timbang

7.4.2 Kadar bagian yang larut dalam air $\frac{A}{E}$ X100 %

A adalah berat sisa pean dalam mg

E adalah berat contoh dalam g

7.5 kadar air

7.5.1 Ditimbang 5.0 gram contoh (0.001 mg) ke dalam botol penimbang yang lebar mulut. Dikeringkan pada suhu 105^0 C dalam kapur pengering sampai berat tetap: dinginkan dalam eksikator dan ditimbang.

7.5.2 Kadar air : $\frac{A}{E}$ X 100 %

A adalah berat contoh dalam mg

E adalah yang hilang sesudah dikeringkan dalam g

7.6.1 Pereaksi - pereaksi

Asam sulfat	bj	I.84
Asam campur Hel - $HN()_3$;	bj	
2 bagian isi HCI	bj	1.18
I bagian isi H_20	bj	1,43

Natrium sulfat - eksikatus

Amonia (0,885)

40 gram asam sitrat monohidrat dilarutkan dalam 50 ml air diberi amonia (0,88) sambil pH larutan menjadi 6 – 7
Kertas indicator (lakmus)
Larutan dithiokarbonat timbal :
0,1 gram timbale asetat dilarutkan dalam 50 ml air diberi ammonia (0,88) sampai pH larutan KNa tartart 10% dibuat analisis dengan larutan KOH 10% tambah 5 ml KCN 10%
Campuran 250 ml tetrakhiloritilen, dikocok, ekstrak tetrat dikocok dengan air dua kali, dipisahkan dan disaring dengan kertas saring; cairan tetra sampai 1 liter dan disimpan dalam botol coklat (tahan 3 minggu)

7.6.2 Larutan standar tembga

0,3928 g $CuSO_4$ 5 H_20 dilarutkan dalam air, tambah 3 ml H_2SO_4 p. tambah air dan dipindahkan kedalam labu ukur 1 liter tambah air sampai garis (1 ml = 0,01 mg)

7.6.3 Pembuatan kurva kalibrasi

Dalam 100 ml tabung pemisah diberi larutan standar tembaga maing –masing 0: 20: 4,0: 6,0: 8,0: dan 10,0 ml dalam tabung sudah ada
10 ml asam campur
5 ml larutan ammonium sitrat
teteskan amonia sampai larutan sedikit alkalis terhadah kertas pH: tambah berkelebihan 3 ml amonia pH I menjadi antara 9,6 – 9,8
Tambahan sekarang 10 ml larutan dietil dithiokarbonat Kocok 1 menit pisahkan kedalam labu Erlenmeyer yang telah diberi Na sulfat exice ekstrasi seperti diatas, dilakukan dua kali, saring dengan glasswrol kedalam labu ukur 100 ml dan ditambah sampai garis.
Periksa ekstrasi pada gelombang 435 μm dan suhu 26^0. Buatkan kurva kalibrasi

7.6.4 Caranya

Ditimbang 1,0 gram contoh (0,001 g) ke dalam gelas kimia 50 ml diberi 1 ml air dan dilarutkan dengan 10 ml larutan $HC1_4$ HNO_3 (2 ml HC1 – p 3 ml air)
Tutup gelas dengan krepa arloji, didihkan pelan – pelan sampai 15 menit tambah air panas tambah 5 ml larutan ammonium sitrat (4% pH 6 – 7)
Teteskan amonia sampai alkalis terdapat lakmus; masukkan kedalam tabung pemisah 100 ml , tambah ammonia 3 ml, tambahkan dengan pipet 15 ml timbaldetyl dithiokarbonat, kocok 1 menit saring, cairkan dalam labu ukur 100 ml dengan tetra sampai garis

Kadar tembaga (Cu) mg/kg 1= $\frac{a \times 100}{g}$

A adalah Cu yang dibaca pada kurva kalibrasi
G adalah berat contoh

7.7 Penetapan kadar mangan

7.7.1 Caranyaitimbang 1 gram contoh (0,001 g) ke dalam gelas piala 50 ml diberi 1ml air dan ailarutkan dalam 10 ml HC1 p dan 4 ml H_4PO_4 panaskan diatas penangas sampai uap HC1 habis , dinginkan dan tambah kalium atau Na – periyodat a 3 g. didihkan 10 menit periksa kadar ruangan spektro foto metris atau visual dengan tabung –tabung Nesler.

7.8 Kadar absorpsi minyak(cara spatel)

7.81 Timbang a gram (lihat dibawah) pada pelat gelas, dari mikro buret (skala 0,02 ml) ditambah K1 2/3 minyak lena yang diperkirakan minyak dan contoh diaduk – aduk dengan spatel sambil ditekan – tekan , sampai campur betul selanjutnya minyak ditambah sedikit – sedikit sambil diaduk – aduk dihasilkan masa yang rata, jadi satu dan melekat, minyak yang diperlukan untuk percobaan ini diukur sampai 0,01 ml.

Catatan

Minyak yang diduga diperlukan	Berat contoh dalam mg
Sampai 10 -	20
10 – 30	10
30 – 50	5
50 – 80	2
- 80	1

7.8.2 Absorpsi minyak

a adalah berat contoh dalam g

b adalah ml minyak yang ditekan

0,93 = bd minyak g/ml

7.9 Reaksi suspensi dalam air (pH)

7.9.1 Nyatakan pH sampai satu decimal teliti

7.10 Daya kilap (brightness)

7.10.1 Yang dimaksud dengan daya kilap adalah cahaya yang dipantulkan dengan sudut 45^0 oleh benda uji yang dibuat secara khusus; sebagai standar dipakai tepung magnesium oksida yang diberi nilai 100% atau tepung magnesium karbonat yang diberi nilai 98%

7.10.2 Alat – alat

- Reflectometer tipe foto Volt

C I M O Lange glausmeter atau alat lainnya

- Cetakan dari stainless atau kuningan
- Mesin tikan sampai 50 psi

7.10.3 Persiapan benda uji dan cara uji

7.10.3 Contoh yang akan diperiksa dikeringkan pada suhu 105^0 C selanjutnya ditimbang $\pm$ 100 g. dan dicetak dalam cetakan dengan ditekan sampai 50 psi; dengan hati – hati benda uji dikeluarkan dari cetakan, dipindahkan pada alas dari gelas warna hitam dan diukur reflectancenya sebelum alat telah dikalibrasi dulu dengan standar magnesium oksida atau magnesium karbonat.

7.10.3.2 Nvatakan hasil pcngukuran reflectance dalam % satu desimal yang dinyatakan sebagai daya kilap.

7.11 Alkalitet

7.11.1 Timbang 25 gram (0,001 g) contoh kedalam labu normal 250 ml diberi air suling bebas CO_2 200 ml. Kocok 5 menit biarkan mengendap, saring dengan kertas saring buang filtrate pertama; pipet 100 ml filtrate yang jernih kedalam labu Erlenmeyer 300 ml diberi indicator metal jingga, titrasi dengan 0,02 NH_2SO_4

7.11.2 Alkalite = m Na0H/g = ml asam X 0,02 X 4

7.12 Sisa diatas ayakan 125 um, 63 dan 45 um

7.12.1 Timbang 50 – 500 g contoh yang sudah dikeringkan pada suhu 105^{0}C kedalam piala gelas, diberi air ± 500 – 600 ml aduk supaya terdisersi, kalau perlu diberi dispersing agent.

7.12 Sisa diatas ayakan yang telah disusun menurut diameternya yaitu 125 um. 63 um dan 45 um.

7.12.1 Timbang 50 – 500 g contoh yang sudah dikeringkan pada suhu 105^{0}C kedalam pilala gelas, beri air ± 500 – 600 ml aduk supaya terdistersi, kalau perlu diberi dispersing age.

Tuangkan kedalam ayakan yang telah disusun menurut diameternya yaitu 125 um 63 dan 45 um. Ayak basah; sampai air yang keluar dari ayakan jernih. Pindahkan sisa diatas ayakan kedalam Petri yang telah dikeringkan dan ditimbang dulu. Keringkan diatas penangas air dan selanjutnya dalam open pada suhu 105^{0}C dinginkan dalam eksikator dan timbang.

7.12.2 Sisa diatas ayakan dalam % = $\frac{100\ ml}{mo}$

ml

mo

7.13 Berat jenis

7.13.1 Peralatan

Labu Le Chatelier seperti terlihat dalam gambar 1 (lihat lampiran) kerosene bebas air atau naphta dengan gaya berat tidak kurang dari 62 A.P.M

7.1.3.2 Perhitungan

Selisih antara pembacaan awal dan akhir isi cairan yang dipindahkan oleh contoh adalah isi contoh, sehingga :

$$\text{Bj contoh} = \frac{\text{Berat contoh dalam g}}{\text{Volume yang dipindahkan oleh contoh}}$$

Nyatakan Bj. Sampai dua decimal teliti

7.14 Semu (apparent density)

7.14.1 Peralatan

Dapat dilihat dalam Gambar 2

7.14.2 Cara kerjanya

Contoh diayak dengan ayakkan 500 um dan ditimbang 40 g ± 0,25 g. Masukkan kedalam gelas ukur dengan pelan – pelan dan hati – hati tanpa goncangan.

Sumber gelas ukur dan pindahkan kedalam "dropping box"

Naik turunkan gelas ukur sebanyak 50 hitungan dengan selang waktu 1 detik (100 detik/50 hitungan): baca volume contoh dalam tabung (V)

Bj. Semu = g/ml : 40

7.15 Berat gembur (*bulk density*)

7.15.1 Peralatan

Dapat dilihat pada gambar 3 (alat Banuart Bohme)

7.15.2 Caranya

Tutup tabung C dengan menggerakkan hendel E, masukkan contoh kedalam tabung C sampai penuh.

Angkat hendel E sehingga tabung C terbuka pada bagian bawah dan contoh masuk bebas kedalam tabung A yang isinya satu liter, angkat tabung B dan C dan contoh yang ada ditabung A, diratakan permukaannya dengan pelat tipis, harus ditimbang.

7.15.3 Nyatakan berat gambar sbb :

berat dalam kg =

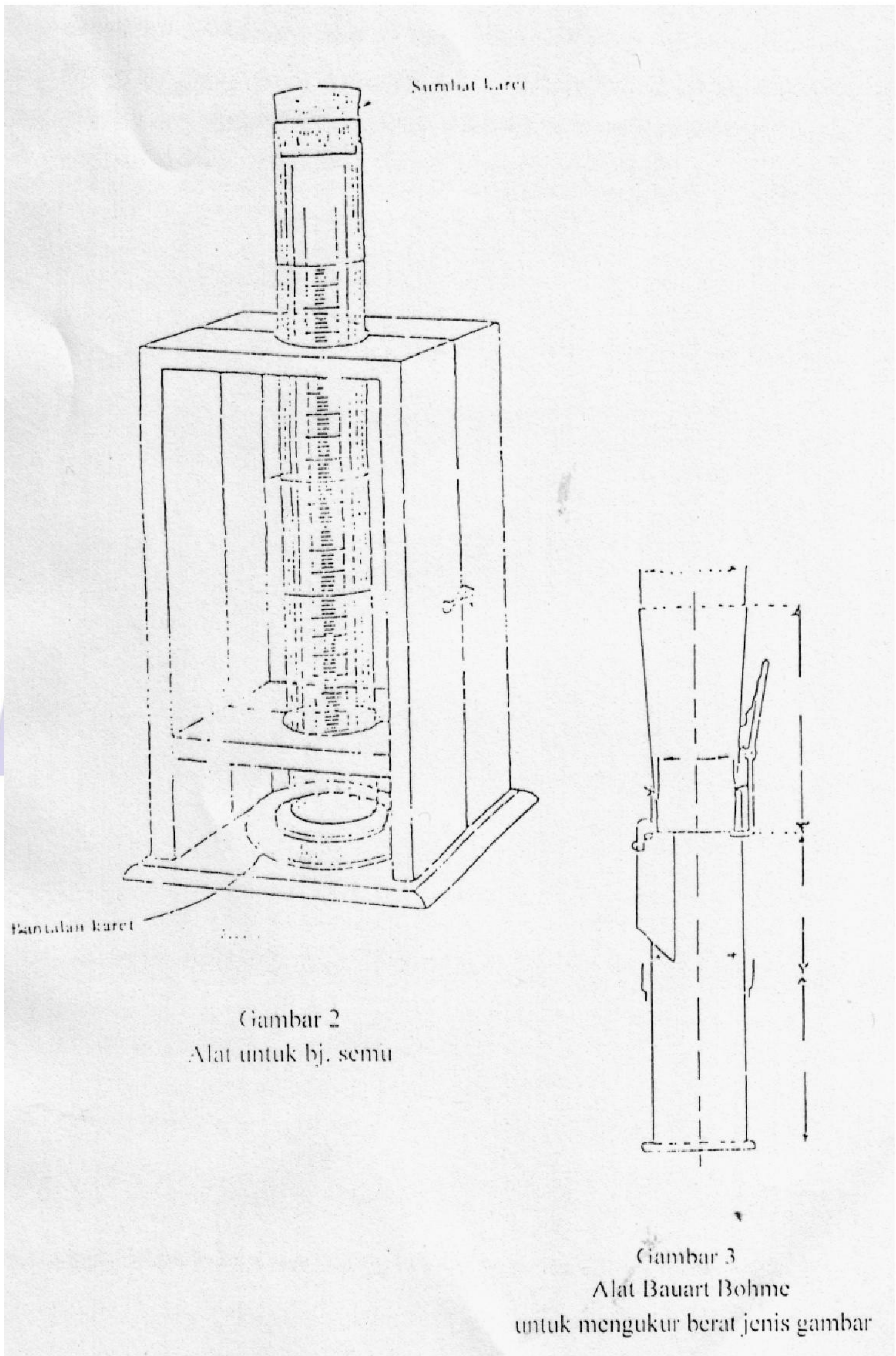
11

7.16 Pembagian ukuran partikel

Yang dimaksud disini adalah partikel – partikel yang besar butirnya dari 40 um

7.16.1 Peralatan

- Alat sedimentasi dan pipet menurut Andreasen *)
- Shimadzu grain sedimeter
- Subsievesizer

*) Lihat SNI. 15-0258-1989, bahan mentah keramik untuk penentuan pembagian besar butir dengan pengayakkan dan pengendapan cara uji

Gambar 2
Alat untuk bj. semu

Gambar 3
Alat Bauart Bohme
untuk mengukur berat jenis gambar